

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-325637

(43)Date of publication of application : 25.11.1994

(51)Int.Cl.

H01B 13/00

C03C 17/25

H01B 5/14

(21)Application number : 05-113360

(71)Applicant : SUMITOMO METAL MINING CO LTD  
TOHOKU KAKO KK

(22)Date of filing : 14.05.1993

(72)Inventor : YAMANAKA ATSUSHI  
ORITA KEIICHI  
KOIZUMI KEIJU**(54) TRANSPARENT CONDUCTIVE COATING FILM FORMING APPLICATION LIQUID AND LOW REFLECTING TRANSPARENT CONDUCTIVE FILM****(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To provide an application liquid of low viscosity and excellent in conductivity and further to improve light transmissive and mechanical strength of a transparent conductive film using this application liquid by constituting it by containing an organic indium compound, organic tin and an organic solvent.

**CONSTITUTION:** An organic indium compound of selecting at least one kind of acetylacetone indium and indium octylate and organic tin of selecting at least one kind of acetylacetone tin and octyl acid tin are used in a transparent conductive film forming application liquid. As an organic solvent, an acetylacetone solution or the like with dissolved alkylphenol and/or alkenyl phenol is used by selecting at least one kind of liquid diluted by alcohol. In this way, an application liquid excellent in transparency with low viscosity and good wettability to a glass substrate is obtained. By using this application liquid, since a transparent conductive film excellent in mechanical strength with low reflection can be formed, the film can be effectively used in an electric field shield of a CRT or the like and electrostatic prevention.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 10.09.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3338970

[Date of registration] 16.08.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-325637

(13) 公開日 平成6年(1994)11月25日

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

H 0 1 B 13/00

C 0 3 C 17/25

I 1 0 1 B 5/14

識別記号

5 0 3 C 7244-5G

A 7003-4G

A

庁内整理番号

F 1

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平5-113360

(22) 出願日 平成5年(1993)5月14日

(71) 出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(71) 出願人 000221959

東北化工株式会社

東京都品川区西五反田7丁目9番4号

(72) 発明者 山中 厚志

千葉県市川市南大野2-8-13 リネスハ

イツ206

(72) 発明者 折田 桂一

東京都品川区西五反田7丁目9番4号 東

北化工株式会社内

(74) 代理人 弁理士 菅野 中

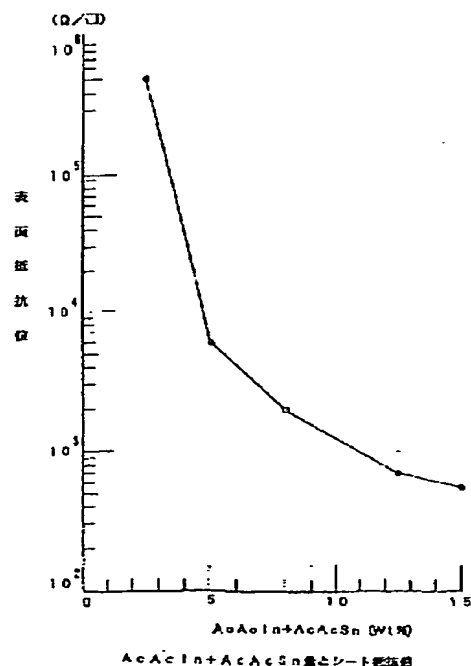
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 透明導電性被膜形成用塗布液及び低反射透明導電膜

(57) 【要約】

【目的】 低粘度で面内バラツキが小さい低反射の透明導電膜を得る。

【構成】 アセチルアセトンインジウムと、アセチルアセトン錫とをアルキルフェノールを溶解したアセチルアセトン溶液に溶解した透明導電性被膜形成用塗布液である。粘性が小さく、スピンコートによる展延性に優れ、コーティング液のなじみがよく、オーバーコートを実施して低反射の透明導電膜の形成が可能である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機インジウム化合物と、有機錫と、有機溶剤とを含む透明導電性被膜形成用塗布液であって、有機インジウム化合物は、アセチルアセトンインジウム、オクチル酸インジウムの内の少なくとも1種類が選択されたものであり、

有機錫は、アセチルアセトン錫、オクチル酸錫の内の少なくとも1種類が選択されたものであり、

有機溶剤は、アルキルフェノール及び／又はアルケニルフェノールを溶解したアセチルアセトン溶液、アルキルフェノール及び／又はアルケニルフェノールを溶解したアセチルアセトン溶液をアルコールで希釈した液の少なくとも1種類が選択されたものであることを特徴とする透明導電性被膜形成用塗布液。

【請求項2】 ヒドロキシプロピルセルロースを含む透明導電性被膜形成用塗布液であって、

ヒドロキシプロピルセルロースは、有機溶剤中に含まれた全アルキルフェノール及び／又はアルケニルフェノール量の内の1.0～12.5重量%の等量を置換したものであることを特徴とする請求項1に記載の透明導電性被膜形成用塗布液。

【請求項3】 透明導電性被膜とコーティング膜との積層からなる低反射透明導電膜であって、

透明導電性被膜は、請求項1又は2に記載の透明導電性被膜形成用塗布液の塗布により基板上に形成された被膜であり、

コーティング膜は、シリコンアルコキシドを含むコーティング液を前記透明導電性被膜上にオーバーコートしたものであることを特徴とする低反射透明導電膜。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、電界シールド用の透明導電膜形成用塗布液、特にCRTなどのガラス面上に塗布して透明な導電膜の形成に用いる透明導電性被膜形成用塗布液及びこの塗布液を用いてガラス面上に形成した低反射透明導電膜に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ディスプレイ、テレビのブラウン管表面の静電気帯電防止膜の形成用インクとしては、従来より主としてATO（錫-アンチモン系酸化物）系のゾルゲルインクが実用化されてきた。静電気対策用には表面抵抗値で $10^{11} \Omega/\square$ 程度が要求されるが、このレベルは、ATOで十分に対応ができるレベルである。

【0003】ところが、近年欧州を中心にCRTから発生する電磁界の人体に対する影響について関心が高まり、スウェーデンをはじめ一部の国では既にガイドラインができています。米国及び日本国内でも規制には至っていないが、対応策が検討されている状況にある。漏洩磁界は装置的な工夫で解決されると言われているが、電界については対応が様でない。

【0004】CRT表面の電界をシールドする方法として、CRTブラウン管ガラス表面にITO膜を蒸着又はスパッター法で成膜したガラス、又はプラスチックパネルをはめ込む方式等があり、限定された分野向けには実用化されている。この方法は十分に低抵抗化できることから、性能的には満足できるが、製造コストが高いことから広く一般的に実用化されるには至っていない。

【0005】このような背景から塗布により導電膜を形成する方法が検討されている。この方法は、例えば有機金属化合物の溶液を基板に塗布したのち、加熱焼成することにより導電膜を形成するものである。塗布法によれば、大がかりな設備を必要とせず、大面積化や大量生産が容易である利点を有している。

【0006】特公昭57-138108号公報には、インジウム化合物、錫化合物及び溶剤を含み、溶剤としてアルコール類、セロソルブ類、カルビトール類、グリコール類が開示されている。

【0007】また、特公昭61-26679号公報には、アセチルアセトン基などを含む有機インジウム化合物、 $[Y]_2Sn[X]_2$ で示される有機錫化合物及び有機溶剤を含み、有機溶剤としてメチルエチルケトン、酢酸エチル、ベンゼンが開示されている。

【0008】また、特開平4-255768号公報には、硝酸インジウム、有機錫化合物、ヘキシレングリコール並びに酢酸及び／又は無水酢酸を含有する塗布液が開示されている。

【0009】また、特開昭57-36714号公報には、無機インジウム化合物、配位能を有する有機化合物、錫化合物、セルロース類の如き粘性剤及び溶剤からなり、配位能を有する有機化合物としてカルボン酸類、カルボン酸エステル類、ヒドロキシ酸が開示されている。

【0010】また、特開昭57-212268号公報には、インジウム化合物、錫化合物、有機溶剤及びセルロース化合物からなるペースト状組成物が開示されている。

【0011】また、特公昭63-25448号公報には、インジウム化合物、抵抗値調整用としてスズ化合物、粘性剤としてニトロセルロースと溶剤としてセルソルブ、カルビトール、ベンジルアセテート、ジメチルフタレートを含む組成物が開示されている。

【0012】また、特公平2-20706号公報には、トリアセトナートインジウム、ビスアセナルアセトナート錫、セルロース化合物、高沸点アルコール類を含む組成物が開示されている。

【0013】また、特公昭63-19046号公報には、トリアセチルアセトナートインジウムなどのインジウム化合物、ジメチルスズアセトナートなどの有機錫錯体、粘性剤、有機溶剤からなるペーストに、モノアゾ系有機化合物が加えられた組成物が開示されている。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】透明導電膜形成用塗布液は、要するに導電性微粒子の有機物、無機物を有機溶剤に添加して得られたペーストである。導電膜の成膜性、導電性、透明性、機械的強度は、選定された導電性微粒子の種類、性質、粒径、添加量、有機溶剤の性質によって左右され、導電性微粒子と、有機溶剤との相互作用によって膜特性が決定されるため、その組合せの選定は、トライアンドエラーの繰返しであったといえる。

【0015】また、塗布液の粘度は、有機溶剤中に含まれたセルロースの添加量によって増大するため、低粘度が必要とされるスピンコートによる成膜に用いる塗布液には、セルロースが添加されていない特公昭57-138108号、特公昭61-26679号に記載された組成物を用いるのが望ましい。このような組成物を用いることによって、スピンコート法により一応透明な導電性薄膜を形成できるが、この組成物によって必ずしも十分満足できる膜特性が保証されるわけではなく、改善の余地は残されている。

【0016】さらに透明な導電膜をガラス基板上に形成した場合の問題点として、塗布液を塗布し、これを加熱して基板上に焼付けたのみでは、導電膜の光沢のため、光を反射し、画面が見づらいという問題がある。一般には光沢をなくすため、低反射のオーバーコートを施す技術があり、シリコンアルキド液を含むコーティング液（アルキルシリケートゾル液）のような低反射で高い光透過性を有するコート液が知られているが、このようなコーティング液は、導電性塗布液に対するなじみが悪く、前記各塗布液により形成された膜上にアルキルシリケートゾル液をオーバーコートし、乾燥並びに焼成によって得られた膜は、面内でバラツキが生じて不均質となり、あるいはスジムラが生じて実用に供しうるものではない。

【0017】本発明の目的は、低粘度で、導電性に優れた透明導電性被膜形成用塗布液並びにこの液を用いて光透過性、機械的強度に優れた低反射の透明導電膜を提供することにある。

【0018】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明による透明導電性被膜形成用塗布液においては、有機インジウム化合物と、有機錫と、有機溶剤とを含む透明導電性被膜形成用塗布液であって、有機インジウム化合物は、アセチルアセトンインジウム、オクチル酸インジウムの内の少なくとも1種類が選択されたものであり、有機錫は、アセチルアセトン錫、オクチル酸錫の内の少なくとも1種類が選択されたものであり、有機溶剤は、アルキルフェノール及び／又はアルケニルフェノールを溶解したアセチルアセトン溶液、アルキルフェノール及び／又はアルケニルフェノールを溶解したアセ

チルアセトン溶液をアルコールで希釈した液の少なくとも1種類が選択されたものである。

【0019】また、本発明による透明導電性被膜形成用塗布液においては、ヒドロキシプロピルセルロースを含む透明導電性被膜形成用塗布液であって、ヒドロキシプロピルセルロースは、有機溶剤中に含まれた全アルキルフェノール及び／又はアルケニルフェノール量の内の1.0～12.5重量%の等量を置換したものである。

【0020】また、本発明による低反射透明導電膜においては、透明導電性被膜とコーティング膜との積層からなる低反射透明導電膜であって、透明導電性被膜は、前記透明導電性被膜形成用塗布液の塗布により基板上に形成された被膜であり、コーティング膜は、シリコンアルコキシドを含むコーティング液を前記透明導電性被膜上にオーバーコートしたものである。

【0021】

【作用】本発明においては有機インジウムとして、インジウムアセチルアセトナート（AcAcIn）、オクチル酸インジウム（OctIn）、実施例では、商品名ナーセムインジウム（Metal Acetylacetate, In28%, 日本化学産業（株）製）、ホープIn（In2.5%, ホープ製薬（株）製）、有機錫としてビスアセチルアセトナートジメチル錫（AcAcSn）、オクチル酸錫（OctSn）、実施例では商品名ナーセム錫（日本化学産業（株）製）、ニッカオクチック錫（Stannous Octoate, Sn28%, 日本化学産業（株）製）を使用した。

【0022】アルキルフェノールとしては、パラターシャリーブチルフェノール、オクチルフェノール、ノニルフェノールなど、アルケニルフェノールとしては、3ペンタデカデシルフェノールなどが使用できる。アルコール類としては、メチル、エチル、プロピル、ブチルアルコールのほかにもシクロヘキサノールなどが使用できる。勿論、エチルアルコールに上記のその他のアルコール類を適宜添加してもよい。

【0023】本発明の塗布液は、通常上記a）インジウム化合物、b）錫化合物、c）アルキル及び／又はアルケニルフェノール、d）アセチルアセトン溶液及び／又はアセチルアセトンとアルコールの混液を含む透明な溶液又は、アルキル及び／又はアルケニルフェノールの1.0～12.5wt%をヒドロキシプロピルセルロースで置換した透明な溶液である。かかる溶液は、例えばこれらの成分を常温～150℃の間に0.5～12時間攪拌することにより得られる。上記製造条件によって得られた溶液粘度の例を示せば表1のとおりである。表1の成分配合はwt%を示している。以下の表においても同じである。

【0024】

【表1】

AcAcIn	11.5	—	11.5	5.75
OctIn		11.5		
OctSn	1.0	1.0	1.0	0.50
パラターシャリー ブチルフェノール	12.5	12.5	12.5	6.25
アセチルアセトン	75.0	75.0	37.5	87.50
エチルアルコール	—	—	37.5	—
粘度cps/25℃	2.5	2.5	2.5	1.8

【0025】本発明の塗布液は、スピンコート、スプレーコート、バーコート及びブレードコートにより成膜することができる。

【0026】本発明の塗布液は、ガラス基板との濡れ性も申し分なく、使用されている溶剤が中沸点及び／あるいは中沸点と低沸点の混液であることから、塗布作業中に適度に揮発し、揮発によって膜形成成分の基板への固着とオーバーコートに対する耐性（粒の発生、帯状模様の生成、白化がない）が得られ、また残留溶剤によってレベリングを生じ、従って膜厚の面内バラツキが非常に小さい導電膜が得られる。

【0027】a) AcAcIn（又はOctIn）、b) AcAcSn（又はOctSn）、c) アルキル及び／又はアルケニルフェノール、d) アセチルアセトン及び／又はアセチルアセトンとエチルアルコール混液で構成される本発明の塗布液は、塗布作業時の基板温度を45～60℃に設定して行う。45℃未満では塗布液が基板上ではじきの現象を呈し、60℃を越えると、蒸発速度が早く、表面張力が大きくなって、膜厚が不均一になる。

【0028】基板温度を45～60℃に設定した場合、塗布液中のAcAcIn（又はOctIn）+AcAcSn（又はOctSn）が5wt%を越えると、アルキルシリケートゾル液をオーバーコートすることなく乾燥、焼成して得られた膜には、亀裂が発生していた。反対に、5wt%未満であると塗布作業時にはじきを生じた。しかし、5wt%の塗布液によって得られた膜は、はじきや亀裂などの不都合もなく、表面抵抗値に6KΩ/□が示された。

【0029】塗布液中のAcAcIn（又はOctIn）+AcAcSn（又はOctSn）が5wt%ないしそれ以上の塗布液を、45～60℃に設定された基板上に塗布し、数分後にシリコンアルドキシドを含むコーティング液をオーバーコートし、次いで乾燥、焼成して

得た膜は、亀裂などの不都合のない光透過性、機械的速度に優れたものであった。

【0030】これは導電層の焼成に伴う収縮をオーバーコート層が吸収することによるものと思われる。かくして1層目の導電層はInとSnの含有量が多いことから導電性が良好な膜として形成される。

【0031】上記本発明の塗布液において、アルキル及び／又はアルケニルフェノールの1.0～12.5wt%をヒドロキシプロピルセルローズで置き換えた塗布液は、塗布作業時の基板温度が室温～60℃の間で均一に塗布することができる。ヒドロキシプロピルセルローズの代替量が1.0wt%未満では塗布時にはじきの現象が、また12.5%を越えると、焼成膜にスジムラの不都合が生じることが分かった。

【0032】図1に、AcAcIn+AcAcSn=15wt%（In/Sn=92/8）、パラターシャリーブチルフェノール+ヒドロキシプロピルセルローズ=15wt%（フェノール/セルローズ=95/5）及びアセチルアセトン70wt%で構成される塗布液を調整し、これをエチルアルコールで希釈してAcAcIn+AcAcSnが12.5wt%、8wt%、5wt%及び2.5wt%とし、各々についてスピンコートにより成膜、乾燥、焼成して得た膜のシート抵抗値を示した。いずれの膜も亀裂など不都合のない、光透過性、機械的強度に優れ、面内バラツキの非常に小さいものであった。

【0033】図2に、AcAcInの代りにOctInを、AcAcSnの代りにOctSnを用いた場合は、図1と全く同様の方法で行った結果を示した。図2に明らかとなおり、OctInとOctSnとの組合せによるときには、AcAcIn、AcAcSnの組合せによるものより、表面抵抗値が高い。したがって、AcAcIn、AcAcSnと、OctIn、OctSnとの任意の組合せでは、表面抵抗値が、図1、図2の特性の間

に納まるものと考えられる。ヒドロキシプロピルセルロースを含まない塗布液を用いて成膜、乾燥、焼成して得た膜にコーティング液を塗布した二層の表面抵抗値についても、同程度の表面抵抗値を有しているものと考えられる。

【0034】

【実施例】以下実施例により本発明を詳細に説明する。

【0035】オーバーコートに使用するシリコンアルキシドを含むコーティング液は次のようにして調整した。すなわち、5grのエチルシリケート40（多摩化学（株）製）に1grの5%塩酸を加えよく振盪する。これを冷却して9grの水を加え良く攪拌しながら薄めた後、110grのエチルアルコールを加えて4wt%溶液に調整した。

【0036】（実施例1～3）攪拌棒、温度計と還流冷却管を付した3つ口フラスコ中に150grのアセチルアセトンと25grのハラターシャリーブチルフェノールを加え、120～135℃で0.5時間攪拌しながら溶解した。次いで23grのAcAcInと2grのAc\*

\*cAcSnを加え、同温度で3時間溶解した。冷時1μmの濾紙を用いて濾過し、透明導電性被膜形成用塗布液を調整した。

【0037】得られた塗布液の半分を分取してこれを実施例1の試料とし、残りの半分をエタノールで希釈してAcAcIn+AcAcSnが8wt%（実施例2）及び5wt%（実施例3）の塗布液とした。150mm×200mm×9mmの青板硝子基板を50℃の熱風乾燥炉に20分間入れて加温した後、スピナーにセットし、前記塗布液10grを150rpmの回転速度で2分間塗布、次いで4wt%のアルキルシリケートゾル液10grを1分間塗布した。120℃の熱風乾燥炉で10分間乾燥した後、焼成炉に入れ、常温～450℃まで1時間掛けて昇温し、450℃に達してから30分間焼成した。200℃以下で取り出して得られた膜の特性は、表2に示したとおりである。

【0038】

【表2】

2層構造焼成膜の特性

		実 施 例		
		1	2	3
光透過率 LT	AcAcIn	11.5	7.4	4.6
	AcAcSn	1.0	0.6	0.4
	ハラターシャリーブチルフェノール	12.5	8.0	5.0
	アセチルアセトン	75.0	48.0	30.0
	エチルアルコール	0.0	36.0	60.0
	量			
価 H 特 性	光透過率% (550nm)	83.7	85.9	85.9
	量価 %	0.0	0.0	0.0
	(550nm)			
	鉛筆硬度	>9H	>9H	>9H

青板硝子基板 LT 85.9%

II 0.0%

【0039】（実施例4～6）AcAcSnの代りにOctSnを用いたほかは実施例1～3と全く同様の材料

構成及び製造方法で行った結果を表3に示した。

40 【0040】

【表3】



## 2層構造焼成膜の特性

		実 施 例		
		4	5	6
AcAcIn		11.5	7.4	4.6
OctSn		1.0	0.6	0.4
バタターシャリーブチルフェノール		12.5	8.0	5.0
アセチルアセトン		75.0	48.0	30.0
エチルアルコール		0.0	36.0	60.0
特 性	光透過率% (550nm)	83.2	85.9	85.9
	曇価 % (550nm)	0.0	0.0	0.0
	鉛筆硬度	>9H	>9H	>9H

青板硝子基板 LT 85.9%

\* 構成及び製造方法で行った結果を表4に示した。

H 0.0%

【0042】

【0041】(実施例7~9) AcAcInの代りにO

【表4】

ctInを用いたほかは実施例1~3と全く同様の材料\*20

## 2層構造焼成膜の特性

		実 施 例		
		7	8	9
OctIn		11.5	7.4	4.6
AcAcSn		1.0	0.6	0.4
バタターシャリーブチルフェノール		12.5	8.0	5.0
アセチルアセトン		75.0	48.0	30.0
エチルアルコール		0.0	36.0	
特 性	光透過率% (550nm)	83.2	85.9	85.9
	曇価 % (550nm)	0.0	0.0	0.0
	鉛筆硬度	>9H	>9H	>9H

青板硝子基板 LT 85.9%

たほかは実施例1~3と全く同様の材料構成及び製造方法で行った結果を表5に示した。

H 0.0%

【0044】

【0043】(実施例10~12) AcAcInの代り

にOctIn, AcAcSnの代りにOctSnを用い 40

【表5】

## 2層構造焼成膜の特性

		実 施 例		
		10	11	12
OctIn		11.5	7.4	4.6
AcAcSn		1.0	0.6	0.4
パラターシャリーブチルフェノール		12.5	8.0	5.0
アセチルアセトン		75.0	48.0	30.0
エチルアルコール		0.0	36.0	60.0
特 性	光透過率% (550nm)	83.2	85.9	85.9
	曇価 % (550nm)	0.0	0.0	0.0
	鉛筆硬度	>9H	>9H	>9H

青板硝子基板 I.T 85.9%

II 0.0%

【0045】(実施例13～22) 攪拌棒、温度計及び還流冷却管を付した3つ口フラスコ中にアセチルアセトンとパラターシャリーブチルフェノールを120～135℃で0.5時間攪拌しながら溶解した。次いで計算量のヒドロキシプロピルセルロースを徐々に加え、同温度で1時間溶解した。AcAcIn (又はOctIn) を23grとAcAcSn (又はOctSn) を2gr加\*

\* えて3時間攪拌溶解した後、1μmの濾紙を用いて濾過し、透明導電性被膜形成用塗布液を調整した。得られた塗布液を基板温度が室温〔20℃〕である以外は実施例1～3と全く同様の方法でスピンコートし、オーバーコートせずそのまま乾燥、焼成して得た膜の特性を表6、表7に示した。

【0046】

【表6】

	実 施 例				
	13	14	15	16	17
AcAcIn	13.8	11.5	7.4	4.6	2.3
AcAcSn	1.2	1.0	0.6	0.4	0.2
パラターシャリーブチルフェノール	14.2	11.8	7.6	4.7	2.4
ヒドロキシプロピルセルロース	0.8	0.7	0.4	0.3	0.1
アセチルアセトン	70.0	56.0	37.3	23.3	11.7
エチルアルコール	—	19.0	46.7	66.7	83.3
表面抵抗値Ω/□	$5.7 \times 10^2$	$6.5 \times 10^2$	$2.1 \times 10^3$	$6.0 \times 10^3$	$5.1 \times 10^5$

スピンコート 基板温度 20℃  
 回転数 150rpm  
 回転時間 2min  
 乾燥 120℃×10min  
 焼成 450℃×30min

【0047】

【表7】

	実 施 例				
	18	19	20	21	22
OctIn	13.8	11.5	7.4	4.6	2.3
OctSn	1.2	1.0	0.6	0.4	0.2
パラターシャリー ブチルフェノール	14.2	11.8	7.6	4.7	2.4
ハイドロキシブ ロピルセルロース	0.8	0.7	0.4	0.3	0.1
アセチルアセトン	70.0	56.0	37.3	23.3	11.7
エチルアルコール	—	19.0	46.7	66.7	83.3
表面抵抗値 $\Omega/\square$	$1.2 \times 10^4$	$1.4 \times 10^4$	$3.2 \times 10^4$	$1.1 \times 10^5$	$1.2 \times 10^6$

スピンコート 基板温度 20℃  
 回転数 150rpm  
 回転時間 2min  
 乾燥 120℃×10min  
 焼成 450℃×30min

【0048】（実施例23～26）攪拌棒、温度計及び還流冷却管を付した3つ口フラスコ中に150grのアセチルアセトンと25[1-x]gr、ただし、xはヒドロキシブピルセルロースの代替率で0.125、0.08、0.05及び0.10のパラターシャリーブチルフェノールを120～135℃で0.5時間攪拌しながら溶解した。次いで計算量のヒドロキシブピルセルロースを徐々に加え、同温度で1時間溶解した。AcAcInを23grとAcAc2grを加えて3時間攪

拌溶解した後、1 $\mu$ mの濾紙を用いて濾過し、実施例23～26の透明導電性被膜形成用塗布液を調整した。得られた塗布液を基板温度が室温[20℃]である以外は実施例1～3と全く同様の方法でスピンコート、オーバーコートし、そのまま乾燥、焼成して得た膜の特性を表8に示した。

【0049】

【表8】

## 2層構造焼成膜の特性

		実 施 例			
		23	24	25	26
AcAcIn		11.5	11.5	11.5	11.5
AcAcSn		1.0	1.0	1.0	1.0
パラターシャリー ブチルフェノール		10.9	11.5	11.9	12.375
ヒドロキシプロピル セルロース		1.6	1.0	0.6	0.125
アセチルアセトン		75.0	75.0	75.0	75.0
特 性	光透過率% (550nm)	83.6	84.0	84.6	84.9
	曇価% (550nm)	0.0	0.0	0.0	0.0
	鉛筆硬度	9H	9H	9H	9H

青板硝子基板 LT 85.9%

H 0.0%

【0050】

【発明の効果】以上のように本発明の透明導電性被膜形成用塗布液によれば、透明性に優れ、粘性が低く、ガラス基板に対する濡れ性が良いため、スピンコート法、スプレーコート、バーコート法を用いて、ガラス基板上に均一な透明な導電性薄膜を形成でき、しかも、一般に使用されるシリコンアルコキシドを含むコーティング液に対するなじみがよいため、表面にオーバーコートをし

30

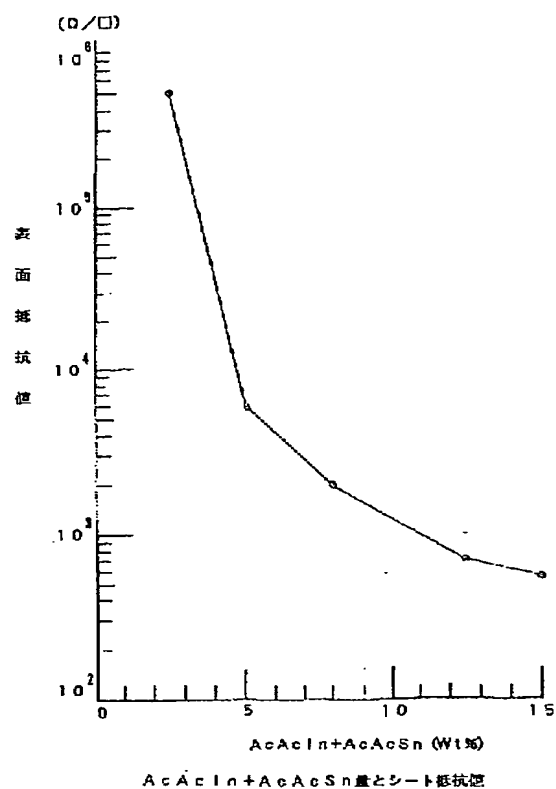
【0051】また、本発明において、特筆すべきは、塗布液中のAcAcIn又は、OctInとAcAcSn又は、OctSnとの総量が5重量%であるときに、低抵抗で亀裂やはじきの不都合のない導電膜が得られたことである。したがって、成分配合量を特定することにより、粘性剤の添加が不要となり、極めて粘度の低い、したがって、スピンコートによる展延性に優れた透明導電膜を形成することが可能である。

【図面の簡単な説明】

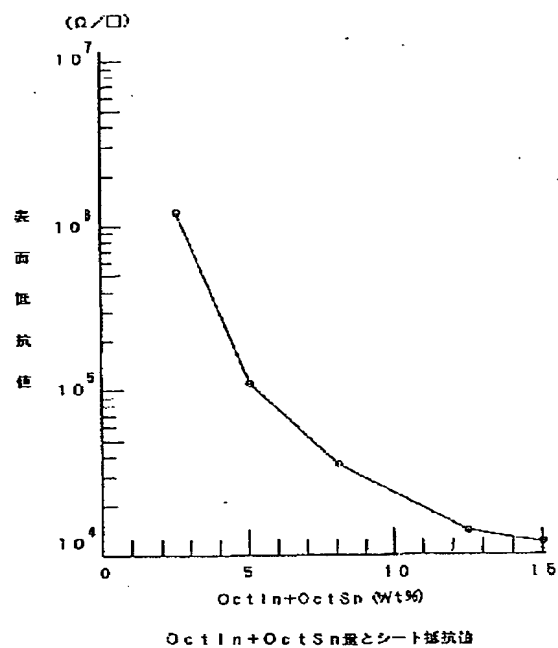
【図1】AcAcInとAcAcSnとの添加量と、膜の表面抵抗値との関係を示す図である。

【図2】OctInとOctSnとの添加量と、膜の表面抵抗値との関係を示す図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 小泉 啓寿

東京都品川区西五反田7丁目9番4号 東

北化工株式会社内